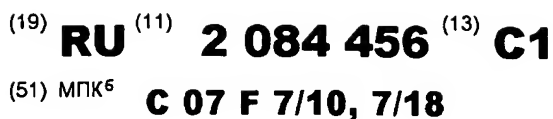


<p>98-109003/10 A60 E11 KOVY/ 94.03.31  KOVYAZIN V A *RU 2084456-C1  94.03.31 94RU-011366 (97.07.20) C07F 7/10, 7/18  <b>Preparation</b> of N:N:bis:hydroxy:methacryl:hydroxypropyl-aminopropyl -tri: ethoxy-silane - by reacting aminopropyl-tri:ethoxy-silane with glycy methacrylate in the presence of di:tert.-butyl-methylphenol  C98-035759  Addnl. Data: KOVYAZIN V A, KOPYLOV V M, SHKOLNIK M I</p>	<p>A(8-M1D, 8-R4, 12-S8B) E(5-E2D)</p>
<p>3-(N,N-bis(2-hydroxy-3-methacryl-hydroxypropyl)amino)propyl(triethoxy)silane, formula <math>(CH_2=C(CH_3)COOCH_2CH(OH)CH_2)_2N(CH_2)_3Si(OC_2H_5)_3</math>, is prepared by reacting 3-aminopropyltriethoxysilane (AGM-9) with glycy-methacrylate (GMA) at 105 -1 10°C for 20-25 min in the presence of 0.5-1.0 mass% 2,6-di-tert. butyl-4-methylphenol (ionol).</p> <p><u>USE</u>  As a finishing additive for fibre glass compositions used in the construction industry.</p> <p><u>ADVANTAGE</u></p>	<p>The method gives up to 100% conversion of reactants. The product has low viscosity and fairly good water solubility.</p> <p><u>EXAMPLE</u>  284 g GMA, 221 g AGM-9, and 5.06 g ionol were mixed together and then heated at 100°C for 20 min. This gave 505 g product with a viscosity of 83 mPa.sec and a bromine number of 65.7, which was partially soluble in water at pH 4. Conversion of reactants was 93% (3pp2301DwgNo.0/0)</p> <p>RU 2084456-C</p>





(19) **RU** (11) **2 084 456** (13) **C1**  
 (51) Int. Cl.<sup>6</sup> **C 07 F 7/10, 7/18**

RUSSIAN AGENCY  
 FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 94011366/04, 31.03.1994

(46) Date of publication: 20.07.1997

(71) Applicant:  
 Kovjazin Vladimir Aleksandrovich,  
 Kopylov Viktor Mikhajlovich,  
 Shkol'nik Mark Izrail'evich,  
 Safrygina Irina Aleksandrovna,  
 Demina Natal'ja Mikhajlovna

(72) Inventor: Kovjazin Vladimir Aleksandrovich,  
 Kopylov Viktor Mikhajlovich, Shkol'nik Mark  
 Izrail'evich, Safrygina Irina  
 Aleksandrovna, Demina Natal'ja  
 Mikhajlovna, Ezhova Valentina Andreevna

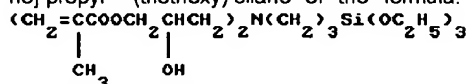
(73) Proprietor:  
 Kovjazin Vladimir Aleksandrovich,  
 Kopylov Viktor Mikhajlovich,  
 Shkol'nik Mark Izrail'evich,  
 Safrygina Irina Aleksandrovna,  
 Demina Natal'ja Mikhajlovna

(71) Applicant (cont.):  
 Ezhova Valentina Andreevna

(73) Proprietor (cont.):  
 Ezhova Valentina Andreevna

(54) METHOD OF SYNTHESIS OF  
 3-[N,N-BIS-(2-HYDROXY-3-METHACRYLHYDROXYPROPYL)AMINO]-PROPYL- -(TRIETHOXY)-SILANE

(57) Abstract:  
 FIELD: chemistry of organosilicon  
 compounds. SUBSTANCE: product: 3-[N,  
 N-bis-(2-hydroxy-3-methacrylhydroxypropyl)ami  
 no]-propyl- -(triethoxy)-silane of the formula:



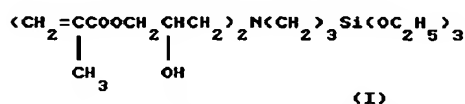
Method of synthesis involves interaction

of 3-aminopropyltriethoxysilane and  
 glycidylmethacrylate at continuous regime at  
 105-110 C for 20-25 min in the presence of  
 2,6-di-tert. -butyl-4-methylphenol at amount  
 0.5-1 wt.-%. Synthesized compound shows  
 viscosity 92-96 MPa x s and good water  
 solubility at pH = 4. Synthesized compound  
 is used for fiberglass dressing. EFFECT:  
 improved method of synthesis. 1 tbl

RU 2 084 456 C1

RU 2 084 456 C1

Изобретение относится к химии кремнийорганических соединений, а именно к способу получения 3-[N,N-бис(2-гидрокси-3-метакрилоксипропил)амино]пропил (триэтоксисилана формулы:



Указанное соединение используется для аппретирования стекловолокна в композиционных стеклопластиках, применяемых в качестве конструкционных материалов, изделий сантехнического оборудования и т.д.

Предлагается способ получения 3-[N,N-бис(2-гидрокси-3-метакрилоксипропил)амино]пропил (триэтоксисилана взаимодействием АГМ-9 и ГМА в непрерывном режиме при температуре 105-110°C в течение 20-25 мин в присутствии 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенола в количестве 0,5-1 мас.

Ниже приведены примеры, иллюстрирующие изобретение.

Пример 1.

В смеситель с охлаждающей рубашкой загружают 284 г (2 моля) ГМА, 221 г (1 моль) АГМ-9, перемешивают 10 мин, затем дозирующим насосом реакционную смесь подают в проточный реактор, обогреваемый теплоносителем с температурой 100°C со скоростью, обеспечивающей пребывание реакционной смеси в реакторе в течение 20 мин. Получают 505 г продукта, конверсия исходных реагентов 93% вязкость 132 мПа·с, бромное число 51,6, растворимость в воде при pH 4 неполная.

Пример 2.

В смеситель с охлаждающей рубашкой загружают 284 г (2 моля) ГМА, 221 г (1 моль) АГМ-9 и 5,06 г (1,0 мас.) ионола, перемешивают 10 мин, затем дозирующим насосом реакционную смесь подают в проточный реактор, обогреваемый теплоносителем с температурой 100°C со

скоростью, обеспечивающей пребывание реакционной смеси в реакторе в течение 20 мин. Получают 505 г продукта, конверсия исходных реагентов 93% вязкость 83 мПа·с, бромное число 65,7, растворимость в воде при pH 4 неполная.

В таблице приведены примеры синтеза соединения 1.

Проведение реакции при температуре ниже 105°C существенно снижает конверсию исходных продуктов. Повышение температуры выше 110°C приводит к повышению вязкости продукта и ухудшению его растворимости в воде.

Оптимальное время пребывания реакционной смеси в реакторе составляет 20-25 мин. При продолжительности реакции менее 20 мин исходные продукты полностью не расходуются. При увеличении времени пребывания в реакторе более 25 мин возрастает вязкость продукта и ухудшается его растворимость в воде.

Минимальное количество ингибитора составляет 0,5 мас. ниже которого возрастает вязкость продукта. Увеличение содержания ингибитора более 1 мас. не влияет на изменение вязкости продукта.

Таким образом, 3-[N,N-бис(2-гидрокси-3-метакрилоксипропил)амино]пропил (триэтоксисилан, полученный по предлагаемому способу, обладает низкой вязкостью и хорошей растворимостью в воде и может быть использован в качестве водорастворимого аппрета для обработки стекловолокна и других минеральных наполнителей для композиционных материалов.

#### Формула изобретения:

Способ получения 3-[N,N-бис(2-гидрокси-3-метакрилоксипропил)амино]пропил(триэтоксисилана, отличающийся тем, что 3-аминопропилтриэтоксисилан подвергают взаимодействию с глицилметакрилатом при 105-110°C в течение 20-25 мин в присутствии 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенола в количестве 0,5-1,0 мас.

RU 2084456 C1

RU 2084456 C1

При- мер	t, °C	Вре- мя, мин	Инги- битор	Содер- жание ингиби- тора, мас. %	Конверсия исходных реагентов, %		Вяз- кость, мПа·с	Бром- ное число, Br <sub>2</sub> /100г	Раство- римость в воде при рН 4
					АГМ-9	ГМА			
1	100	20	-	-	93	93	132	51,6	неполная
2	100	20	Ионол	1,0	94	93	83	65,7	неполная
3	105	20	---	0,5	100	100	92	63,0	полная
4	105	18	---	0,5	97	96	87	63,3	неполная
5	105	25	---	0,5	100	100	94	62,8	полная
6	105	28	---	0,5	100	100	128	58,2	неполная
7	105	28	---	1,0	100	100	123	59,3	неполная
8	100	25	---	0,5	96	91	85	63,0	неполная
9	100	30	---	0,5	99	97	91	60,1	неполная
10	110	20	---	0,5	100	100	93	62,8	полная
11	110	25	---	0,5	100	100	96	62,2	полная
12	110	30	---	0,5	100	100	176	53,4	неполная
13	110	30	---	1,0	100	100	156	56,7	неполная
14	110	25	---	1,0	100	100	94	62,7	полная
15	110	25	---	1,2	100	100	94	62,8	полная
16	100	25	---	0,3	100	100	168	54,3	неполная
17	115	20	---	1,0	100	100	139	57,6	неполная
18	115	20	---	1,5	100	100	130	58,3	неполная
19	115	18	---	1,5	97	98	124	59,4	неполная
20	105	25	1,4-ги-	1,0	100	100	184	56,7	неполная
21	105	25	дрохи-	1,5	100	100	171	56,9	неполная
22	100	25	нон	1,0	100	100	196	52,8	неполная
23	110	25	---	1,5	100	100	185	53,0	неполная

RU 2084456 C1

RU 2084456 C1